



Print of paper #7

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 7月 3日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-200794

出 願 人
Applicant(s):

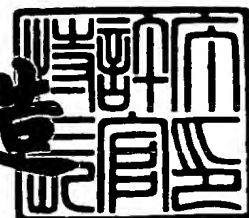
日本アエロジル株式会社
デグサービュルス アクチェンゲゼルシャフト

RECEIVED
OCT 25 2002
TC 1700 MAIL ROOM

2001年 7月 3日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3062177

【書類名】 特許願

【整理番号】 P5475

【提出日】 平成12年 7月 3日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B41M 5/00

【発明者】

【住所又は居所】 三重県四日市市三田町3番地 日本アエロジル株式会社
四日市工場内

【氏名】 室田 正道

【発明者】

【住所又は居所】 三重県四日市市三田町3番地 日本アエロジル株式会社
四日市工場内

【氏名】 城野 博州

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区西新宿2丁目3番1号 日本アエロジル株式会社
会社社内

【氏名】 荒井 将英

【特許出願人】

【識別番号】 390018740

【氏名又は名称】 日本アエロジル株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 599020003

【氏名又は名称】 デグッサ フュルサクチェンゲゼルシャフト

【代理人】

【識別番号】 100076679

【弁理士】

【氏名又は名称】 富田 和夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100094824

【弁理士】

【氏名又は名称】 鴨井 久太郎

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 009173

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 インクジェット記録媒体のインク吸収層形成用超微粒セラミック粉末凝集体分散水

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 塗布適性粘度である $10 \sim 200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ の粘度でのレーザー回折粒度分布測定装置を用いた測定で、

純水中に分散する超微粒セラミック粉末凝集体が $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の平均粒径を示し、

かつ測定結果に基づいて作成した上記超微粒セラミック粉末凝集体の粒度分布曲線におけるピーク高さの半分の高さ位置のピーク幅（半価幅）が前記ピーク高さの粒径に対する割合で 0.7 以下の高整粒性を示すこと、
を特徴とするインクジェット記録媒体のインク吸収層形成用超微粒セラミック粉末凝集体分散水。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、インクジェット記録媒体の構成層であるインク吸収層の形成に用いるのに適し、これによってインクジェット記録媒体への精緻にして鮮明な画像の印刷を可能ならしめる超微粒セラミック粉末凝集体分散水に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来、一般に厚さが $100 \sim 300 \mu\text{m}$ の紙やポリエチレンフィルムなどの支持体の表面にインク吸収層を $30 \sim 200 \mu\text{m}$ の厚さで塗布形成し、さらにこの表面に必要な応じて水溶性樹脂などからなる保護層を $1 \sim 10 \mu\text{m}$ の厚さでスプレー形成してなるインクジェット記録媒体が知られている。

【0003】

また、上記インクジェット記録媒体の構成層であるインク吸収層が、純水中に、いずれも超微粒の酸化けい素（以下、 SiO_2 で示す）粉末凝集体や酸化アル

ミニウム（以下、 Al_2O_3 で示す）粉末凝集体などの超微粒セラミック粉末凝集体を塗布適性粘度である $10 \sim 200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ の粘度になるまで加えて超微粒セラミック粉末凝集体分散水とし、これに例えばカチオン性ポリマー、エタノール、*n*-プロパノール、酢酸エチル、およびポリビニールアルコール、ホウ酸などを加えて塗料とし、この塗料を上記支持体表面に塗布し、乾燥することにより形成されることも知られている。

【0004】

さらに、上記の超微粒セラミック粉末凝集体は、通常原料粉末として $SiCl_4$ や $AlCl_3$ などを用い、例えば燃焼バーナーで、これに水素と酸素を加えて気相合成することにより製造されたものが用いられるが、この場合得られた超微粒セラミック粉末は、粒径がきわめて微細で、その粒径が $7 \sim 40 \text{ nm}$ の平均粒径を有する超微粒粉末であるために、粉末相互の凝集が避けられず、上記の通り純水中にはボールミルなどで解砕した状態で加えても、通常 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の平均粒径を有する超微粒セラミック粉末凝集体で存在するものである。

【0005】

さらに、また上記のインクジェット記録媒体への画像印刷は、インクジェットプリンタのドット（ノズル）から噴出される微細なインク粒を、構成層であるインク吸収層に吸着させ、これが多色刷りであれば色調の異なる複数の微細インク粒の多数回にわたる噴出吸着により行われるものである。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

一方、近年のインクジェットプリンタの高性能化は著しく、これに伴ない、インクジェット装置から噴出される個々のインク粒の粒径も $20 \mu\text{m}$ 以下にまで超微粒化することができるようになっているが、上記の従来インクジェット記録媒体では、これを構成するインク吸収層に前記インク粒の局部的流れ出しや浸み出しが発生し、この結果印刷画像はインク粒の超微粒化に対応した鮮明度および仕上がりには至らないのが現状である。

【0007】

【課題を解決するための手段】

そこで、本発明者は、上述の観点から、インクジェット記録媒体を構成するインク吸収層がインクジェットプリンタから噴出された超微粒のインク粒を吸着位置に的確に保持することができるように、前記インク吸収層の形成に用いられる超微粒セラミック粉末凝集体分散水に着目し、研究を行った結果、

(a) 上記従来超微粒セラミック粉末凝集体分散水においては、これを構成する超微粒セラミック粉末凝集体が、レーザー回折粒度分布測定装置を用いた測定で、 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の平均粒径を示し、かつこの測定結果に基づいて作成した上記超微粒セラミック粉末凝集体の粒度分布曲線は図2に例示されるパターンを示し、この場合前記パターンにおけるピーク高さの半分の高さ位置のピーク幅（以下、半価幅と云う）が前記ピーク高さに対する割合で $1 \sim 1.5$ を示し、このことは前記超微粒セラミック粉末凝集体が相対的に粗く、かつその粒径が相互に不揃い、すなわち整粒性に劣ることを示すものである。したがってこのように粒径が相対的に粗く、不揃いの超微粒セラミック粉末凝集体を用いて形成されたインク吸収層では、微視的に粒径の粗い超微粒セラミック粉末凝集体になればなるほど1個の超微粒セラミック粉末凝集体に多数の前記超微粒インク粒が吸着することになり、この場合前記超微粒インク粒の吸着位置での的確な保持は困難で、前記インク粒が吸着位置から流れ出たり、浸み出たりするのが避けられず、インク粒の吸着位置での的確な保持は困難であること。

【0008】

(b) 上記従来超微粒セラミック粉末凝集体分散水は、超微粒セラミック粉末凝集体を純水中に通常のみキサーを用いて $1 \sim 50\%$ 分散含有させた状態でインク吸収層の形成に供していたが、この従来超微粒セラミック粉末凝集体分散水を、さらに公知の超音波ホモジナイザーで所定時間処理すると、前記超微粒セラミック粉末凝集体分散水を超高圧ジェット流とし、これを相互に対向衝突させるジェットミル装置で所定時間処理するかすると、前記超微粒セラミック粉末凝集体分散水中の超微粒セラミック粉末凝集体がきわめて高い解砕度で急速に解砕されるようになり、前記処理時間を調整して、

塗布適性粘度である $10 \sim 200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ の粘度でのレーザー回折粒度分布測定装置を用いた測定で、

純水中に分散する超微粒セラミック粉末凝集体の平均粒径を $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ とし、

かつ測定結果に基づいて作成した上記超微粒セラミック粉末凝集体の粒度分布曲線、すなわち図1に例示される粒度分布曲線におけるピーク高さの半分の高さ位置のピーク幅（半価幅）が前記ピーク高さの粒径に対する割合で 0.7 以下を示す、

ようにすると、この結果の超微粒セラミック粉末凝集体分散水を用いて形成されたインク吸収層は、相対的に細粒にして、かつ整粒性にすぐれた、すなわち全体的に寸法の揃った超微粒セラミック粉末凝集体の集合体で構成されるようになるので、噴出インク粒を吸着位置に確実に、かつ浸み出しや流れ出しなどの発生なく、保持することから、インクジェット記録媒体に印刷された画像は精緻にして、鮮明度のきわめて高いものとなること。

以上（a）および（b）に示される研究結果を得たのである。

【0009】

この発明は、上記の研究結果に基づいてなされたものであって、インクジェット記録媒体のインク吸収層の形成に用いられる超微粒セラミック粉末凝集体分散水が、

塗布適性粘度である $10 \sim 200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ の粘度でのレーザー回折粒度分布測定装置を用いた測定で、

純水中に分散する超微粒セラミック粉末凝集体が $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の平均粒径を示し、

かつ測定結果に基づいて作成した上記超微粒セラミック粉末凝集体の粒度分布曲線におけるピーク高さの半分の高さ位置のピーク幅（半価幅）が前記ピーク高さの粒径に対する割合で 0.7 以下の高整粒性を示すこと、
に特徴を有するものである。

【0010】

なお、この発明の超微粒セラミック粉末凝集体分散水における超微粒セラミック粉末凝集体の平均粒径を $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ としたのは、その粒径が $0.05 \mu\text{m}$ 未満になると、印刷画像上には粒径の相違が効果の相違として現れないこ

とから、その粒径の最小径を $0.05\mu\text{m}$ としたものであり、一方、その粒径が $0.3\mu\text{m}$ を越えて粗粒になると、超微粒セラミック粉末凝集体1個に粒径が $20\mu\text{m}$ 以下の超微粒にして、色調の異なる複数のインク粒が重なり合った状態で吸着するようになることから、インクの浸み出しや流れ出し現象が避けられなくなって鮮明な画像が得られなくなるという理由によるものである。

【0011】

また、上記超微粒セラミック粉末凝集体の粒度分布曲線の半価幅をピーク高さの粒径に対する割合で 0.7 以下としたのは、その半価幅の割合が 0.7 を越えると、超微粒セラミック粉末凝集体には粒径相互に大きな寸法差のあるものが多い割合で存在するようになり、したがってこれよりインク吸収層を形成した場合、このうちの相対的に粒径の大きい超微粒セラミック粉末凝集体には上記の通り多種類の色調のインクが重なり合って吸着することになることから、インクの浸み出しや流れ出し現象が避けられず、この結果印刷画像には色むらが発生するようになるという理由に基づくものである。

【0012】

なお、超微粒セラミック粉末凝集体分散水の塗布適性粘度を $10\sim 200\text{mPa}\cdot\text{s}$ としたのは、その粘度が $10\text{mPa}\cdot\text{s}$ 未満では、支持体からの流れ落ちが発生し、一方その粘度が $200\text{mPa}\cdot\text{s}$ を越えると、支持体表面への均一にして、平滑な塗布が困難になるという理由によるものである。

【0013】

【発明の実施の態様】

つぎに、この発明の超微粒セラミック粉末凝集体分散水を実施例により具体的に説明する。

それぞれ原料として SiCl_4 、 AlCl_3 、および TiCl_4 を用い、水素および酸素の燃焼バーナーで気相加水分解して、表1に示される個数基準平均一次粒子径（以下、平均粒径と云う）の超微粒 SiO_2 粉末、超微粒 Al_2O_3 粉末、および超微粒 TiO_2 粉末を調製し、これら超微粒セラミック粉末は凝集体の状態で存在するので、それぞれ通常の乾式解砕機を用いて所定時間解砕した後、純水中にビーズミルで攪拌しながら添加することによりそれぞれ表1に示される粘

度をもった従来超微粒セラミック粉末凝集体分散水（以下、従来セラミック分散水と云う）1～15を製造した。

【0014】

また、上記の従来セラミック分散水1～15のそれぞれを、前記従来セラミック分散水をジェット流とし、これを相互に対向させて衝突させるジェットミル装置にて、ジェット流の衝突位置の半径：0.1mm、ジェット流の速さ：600m/sec.、ジェット流のノズル孔での流量：15l/min.の条件で、所定時間処理し、前記分散水中の超微粒セラミック粉末凝集体をさらに解砕することにより本発明超微粒セラミック粉末凝集体分散水（以下、本発明セラミック分散水と云う）1～15を製造した。

【0015】

つぎに、上記の本発明セラミック分散水1～15および従来セラミック分散水1～15について、22℃で2時間保存した後の粘度をE型粘度計（東機産業社製品）を用いて2.5rpmで測定した。また、レーザー回折粒度分布測定装置を用いて、前記分散水中の超微粒セラミック粉末凝集体の粒度分布を測定し、この測定結果に基づいて平均粒径を算出すると共に、粒度分布曲線を作成し、ピーク高さの半分の高さ位置の幅の前記ピーク高さに対する割合（半価幅の割合）を算出した。これらの算出結果を表1に示した。

【0016】

さらに、上記の本発明セラミック分散水1～15および従来セラミック分散水1～15のそれぞれに、1000ml当たり、10～40gのカチオン性ポリマー、50～100mlのエタノール、15～30mlのn-プロパノール、10～20mlの酢酸エチル、20～60gのポリビニールアルコール、および1～10gのホウ酸を前記範囲内の所定量加えてインク吸収層形成用塗料とし、これを厚さ：200μmの吸水性紙（支持体）の記録側面に塗布した後、急冷し、さらに50℃の温風で3分間乾燥させてインク吸収層の厚さが80μmのインクジェット記録媒体を作成した。

この結果得られたインクジェット記録媒体に多色刷りセイコーエプソン社製インクジェットプリンタPM-3300Cを用いてイエロー、マゼンタおよびシア

ンのベタ印字を行い、反射濃度をそれぞれ、青、緑、赤の単光色にて測定した。
その結果を表2に示した。

また、250×180mmの寸法をもった多色刷り人物画を印刷し、画質を高精度デジタルマイクロ스코プを用いて観察（3000倍）した。

【0017】

【表 1】

種 別	原料粉末 の平均粒 径 (nm)	超微粒セラミック粉末凝集体					種 別	原料粉末 の平均粒 径 (nm)	超微粒セラミック粉末凝集体					
		材 質	濃 度 (%)	粘 度 (mPa・s)	平均粒径 (μm)	半価幅 の割合			材 質	濃 度 (%)	粘 度 (mPa・s)	平均粒径 (μm)	半価幅 の割合	
本 発 明	1	40	SiO ₂	5	10	0.06	0.51	1	40	SiO ₂	5	33	1.50	1.10
	2	7	SiO ₂	30	30	0.08	0.55	2	7	SiO ₂	30	95	3.04	1.02
	3	12	SiO ₂	30	50	0.10	0.60	3	12	SiO ₂	30	181	5.20	1.15
	4	30	SiO ₂	50	100	0.20	0.62	4	30	SiO ₂	50	335	10.32	1.32
	5	7	SiO ₂	50	200	0.29	0.65	5	7	SiO ₂	50	841	20.45	1.48
ラ ミ ッ ク	6	13	Al ₂ O ₃	5	10	0.07	0.55	6	13	Al ₂ O ₃	5	37	2.02	1.02
	7	13	Al ₂ O ₃	20	30	0.09	0.57	7	13	Al ₂ O ₃	20	97	5.00	1.11
	8	13	Al ₂ O ₃	30	50	0.16	0.58	8	13	Al ₂ O ₃	30	169	10.03	1.15
	9	10	Al ₂ O ₃	40	100	0.20	0.61	9	10	Al ₂ O ₃	40	388	19.12	1.24
	10	10	Al ₂ O ₃	50	200	0.25	0.63	10	10	Al ₂ O ₃	50	765	29.28	1.44
ク 分 散 水	11	39	TiO ₂	5	10	0.05	0.48	11	39	TiO ₂	5	30	1.09	1.01
	12	21	TiO ₂	20	30	0.10	0.58	12	21	TiO ₂	20	79	3.00	1.10
	13	13	TiO ₂	25	50	0.16	0.60	13	13	TiO ₂	25	221	10.52	1.22
	14	21	TiO ₂	35	100	0.21	0.62	14	21	TiO ₂	35	398	15.06	1.31
	15	13	TiO ₂	50	200	0.30	0.66	15	13	TiO ₂	50	820	23.04	1.35

【 0 0 1 8 】

【表 2】

種別		画像濃度			種別		画像濃度		
		イエロー	マゼンタ	シアン			イエロー	マゼンタ	シアン
本発明セラミック分散水	1	2.1	2.1	2.2	従来セラミック分散水	1	1.6	1.8	1.9
	2	2.0	2.1	2.2		2	1.5	1.8	1.8
	3	2.1	2.1	2.2		3	1.4	1.7	1.8
	4	2.2	2.2	2.2		4	1.8	1.8	1.8
	5	2.0	2.2	2.3		5	1.7	1.7	1.7
	6	1.9	2.0	2.0		6	1.6	1.7	1.7
	7	1.8	1.9	1.9		7	1.6	1.6	1.6
	8	1.8	1.9	2.0		8	1.5	1.7	1.7
	9	1.7	1.8	1.8		9	1.5	1.7	1.7
	10	1.8	1.8	1.7		10	1.5	1.6	1.6
	11	1.7	1.9	1.8		11	1.6	1.7	1.7
	12	1.7	1.8	1.9		12	1.7	1.7	1.8
	13	1.8	1.8	1.8		13	1.6	1.6	1.6
	14	1.8	1.8	1.7		14	1.5	1.6	1.5
	15	1.8	1.7	1.6		15	1.4	1.6	1.5

【 0 0 1 9 】

【発明の効果】

表 1 に示される結果から、本発明セラミック分散水 1 ～ 1 5 は、いずれも従来セラミック分散水 1 ～ 1 5 に比して、これを構成する超微粒セラミック粉末凝集体の粒径が微細で、整粒性のすぐれたものであることが明らかであり、したがって本発明セラミック分散水 1 ～ 1 5 を用いて形成されたインクジェット記録媒体のインク吸収層は、従来セラミック分散水 1 ～ 1 5 を用いて形成されたそれに比して、相対的に微細にして整粒の超微粒セラミック粉末凝集体で構成されるようになるので、インクジェットプリンタから噴出された超微粒インク粒を吸着位置に正確に保持することから、これに印刷された画像は濃度が高く一段と精緻にして、鮮明度のすぐれたものになることが確認された。

上述のように、この発明の超微粒セラミック粉末凝集体分散水は、インクジェットプリンタの性能向上に十分満足に対応できるインクジェット記録媒体の製造を可能とするものである。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

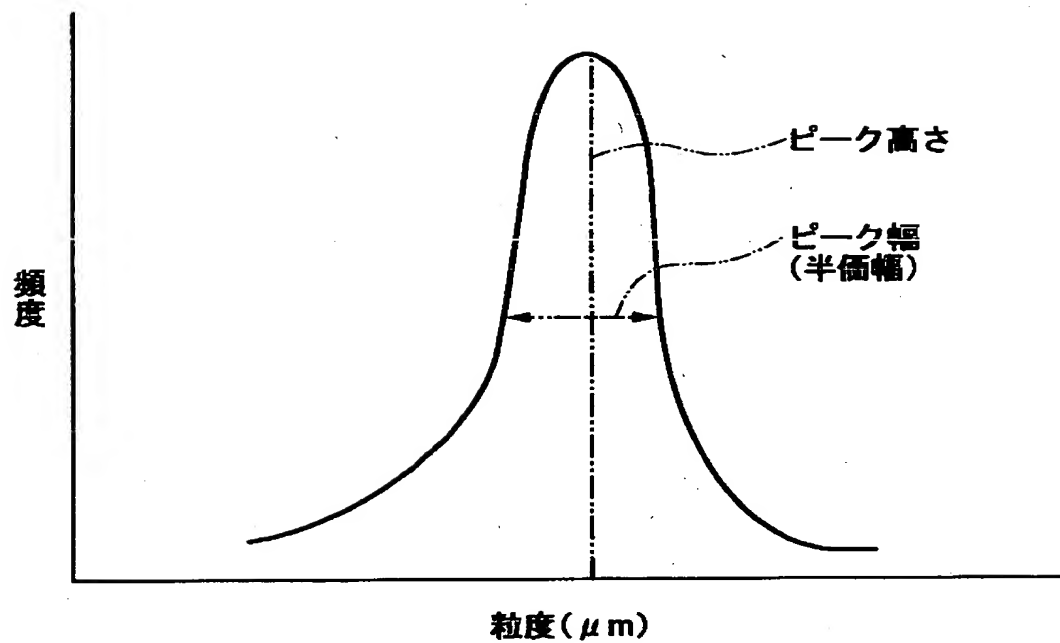
本発明超微粒セラミック粉末凝集体分散水を構成する超微粒セラミック粉末凝集体の粒度分布曲線を例示する図である。

【図 2】

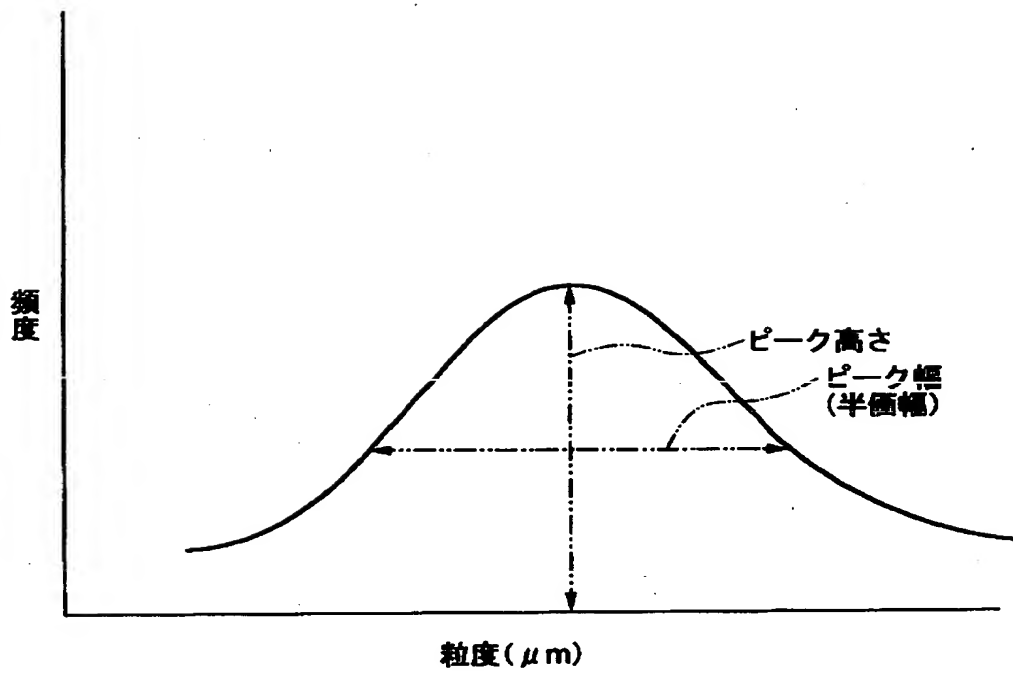
従来超微粒セラミック粉末凝集体分散水を構成する超微粒セラミック粉末凝集体の粒度分布曲線を例示する図である。

【書類名】 図面

【図 1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 精緻にして鮮明な画像の印刷を可能ならしめるインクジェット記録媒体のインク吸収層形成用超微粒セラミック粉末凝集体分散水を提供する。

【解決手段】 超微粒セラミック粉末凝集体分散水が、純水中に、塗布適性粘度である $10 \sim 200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ の粘度でのレーザー回折粒度分布測定装置を用いた測定で、 $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の平均粒径を示し、かつこの測定結果に基づいて作成した粒度分布曲線におけるピーク高さの半分の高さ位置のピーク幅（半価幅）が前記ピーク高さの粒径に対する割合で 0.7 以下の高整粒性を示す超微粒セラミック粉末凝集体が分散含有したものからなる。

【選択図】

図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-200794
受付番号	50000831968
書類名	特許願
担当官	益子 美智子 8139
作成日	平成12年 7月 5日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	390018740
【住所又は居所】	東京都新宿区西新宿2丁目3番1号
【氏名又は名称】	日本アエロジル株式会社

【特許出願人】

【識別番号】	599020003
【住所又は居所】	ドイツ連邦共和国、 フランクフルト、 アム マ イン ワイスフラウエンストラッセ、 9
【氏名又は名称】	デグサーヒュルス アクチェンゲゼルシャフト

【代理人】

申請人	
【識別番号】	100076679
【住所又は居所】	東京都千代田区神田錦町一丁目23番地 宗保第 二ビル5階 富田特許事務所
【氏名又は名称】	富田 和夫

【選任した代理人】

【識別番号】	100094824
【住所又は居所】	東京都千代田区神田錦町一丁目23番地 宗保第 二ビル5階 富田特許事務所
【氏名又は名称】	鴨井 久太郎

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [390018740]

1. 変更年月日 1995年 8月 1日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都新宿区西新宿2丁目3番1号
氏 名 日本アエロジル株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [599020003]

1. 変更年月日 2000年 1月 6日
[変更理由] 名称変更
住 所 ドイツ連邦共和国、 フランクフルト、アム マイン ワイス
フラウエンストラッセ、9
氏 名 デグサーヒュルス アクチェンゲゼルシャフト
2. 変更年月日 2001年 2月14日
[変更理由] 名称変更
住 所 ドイツ連邦共和国、 フランクフルト アム マイン ワイス
フラウエンストラッセ 9
氏 名 デグサーヒュルス アクチェンゲゼルシャフト